

После экстракции pH водной среды изменяется в сторону уменьшения, реакция осуществляется по катионообменному механизму: $2\text{HR} + \text{Me}^{2+} \rightarrow \text{MeR}_2 + 2\text{H}^+$. Возникает координационная связь между металлом и кислородом ФМБП.

Результаты логарифмической зависимости $\lg D_{\text{Me}} - \lg C_{\text{ФМБП}}$ и изомольярных серий показали, что в хлороформ экстрагируются комплекс с мольным отношением $\text{ФМБП}:\text{Ni}^{2+} = 2:1$. Также в состав извлекаемого комплекса входит две молекулы аммиака. Рассчитана константа устойчивости комплекса.

Разработана методика для концентрирования и определения ионов никеля в модельных растворах, пробах воды и хлористого калия с применением экстракции в условиях 0,1 моль/л NH_3 раствором 1-метил-3-фенил-4-бензоилпирозолона-5 в хлороформе с последующим спектральным определением концентрации ионов металла.

КОЛИЧЕСТВЕННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ЯМР ^1H , ^{13}C КАК МЕТОД АТТЕСТАЦИИ СПОСОБОВ ОЦЕНКИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ГРУПП ПРИРОДНЫХ ПОЛИМЕРОВ

Щетский С.Б., Рохин А.В.

Иркутский государственный университет

Лигнин, наряду с целлюлозой – один из основных полимеров, встречающихся в природе. Многочисленные исследования показывают, что комплексная и нерегулярная структура лигнина до сих пор неизвестна. Наиболее известен и изучен лигнин механического размола ели (ЛМРЕ), выделенный по методу Бьёркмана.

Исследование препаратов лигнина методом количественной спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C позволяет не только качественно подтвердить, но и количественно с достаточно высокой точностью определить содержание доминирующих и минорных структур, оценить количество функциональных групп и структурных звеньев.

Изучены модифицированные препараты ЛМРЕ: метилированный метанолом в присутствии *n*-толуолсульфокислоты; диазометаном; диазометаном и метанолом; диметилсульфатом; ацетилованный. Методом спектроскопии ЯМР обнаружены характеристичные сигналы OCH_3 -групп простых и сложных эфиров с химическим сдвигом в диапазоне в области $58,7 \pm 2$ м.д. и 185 ± 2 м.д., образовавшиеся после метилирования и ацетилирования спиртовых, фенольных и карбоксильных OH-групп.

Впервые рассчитано содержание основных структурных звеньев макромолекулы лигнина, учитывающее наличие структур типа спиродиенона, пинорезинола и фенилкумарана во всех модифицированных препара-

тах лигнина. Показано, что химическими методами достоверно можно оценить только содержание метоксильных групп лигнинов, тогда как методом спектроскопии ЯМР с точностью не менее 5% определяется около 30 структурных параметров макромолекулы лигнина. Проведена статистическая обработка результатов анализа.

Разработана методика на основе метода спектроскопии ЯМР ^1H и ^{13}C , позволяющая получать детальную качественную и количественную информацию о содержании функциональных групп, связей и отдельных фрагментов макромолекулы лигнина, и единственным требованием к исследуемому объекту является его растворимость в используемом растворителе. Метод спектроскопии ЯМР может служить независимым методом аттестации способов анализа функциональных групп лигнина с использованием его предварительной химической модификации.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦИНКА И КАДМИЯ В РАСТВОРАХ

Гетман И.А., Бодягина Е.М., Соколова Е.В., Подкорытов А.Л.

Уральский государственный университет, г. Екатеринбург

Повышенный интерес к методам определения тяжелых металлов обусловлен в т.ч. экологическими причинами: в последние десятилетия происходит их количественное увеличение в атмосфере, поверхностных и природных водах, в почве. Одним из доступных и относительно дешевых является метод спектрофотометрии. Известно множество реагентов для определения тяжелых металлов данным методом, но часто при проведении анализа используются достаточно трудоёмкие методики, а для удаления мешающих ионов приходится применять токсичные органические экстрагенты. Поэтому целью данной работы явилось разработка и модифицирование некоторых методик спектрофотометрического определения цинка и кадмия в растворах.

В работе изучен один из аналитических реагентов 4-(2-пиридилазо)-резорцин (ПАР), который образует достаточно устойчивые комплексы со многими металлами и применяется для их спектрофотометрического определения:

Для серии рабочих растворов солей цинка и кадмия получены градуировочные графики. Предварительно определены максимумы светопоглощения комплексов:

